

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-204604

(43)Date of publication of application : 04.08.1998

(51)Int.Cl.

G23C 4/12

G23C 4/10

(21)Application number : 09-006759

(71)Applicant : TOCALO CO LTD

(22)Date of filing : 17.01.1997

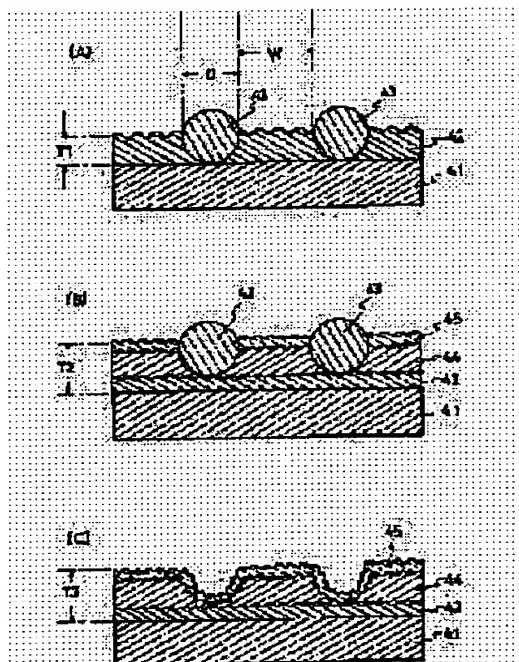
(72)Inventor : HARADA YOSHIO  
TAKEUCHI JUNICHI

## (54) MEMBER FOR THIN COATING FORMING DEVICE AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a member for a thin coating forming device effective for the reduction of the peeling and scattering of thin coating adhered and deposited onto the surface of the member.

**SOLUTION:** The surface 42 of sprayed coating covering a base material 41 made of metal is formed of latticelike ruggedness. As to the shape of latticelike ruggedness on the surface 42 of the sprayed coating, the maximum width (D) of the rugged parts is regulated to 1 to 5mm, the width (W) of the projected parts is regulated to 5 to 100mm, the depth (T) of the recessed parts is regulated to the range of 1 to 5mm, and the roughness of the surfaces of the projected parts lies in the range of 5 to 60  $\mu$  m.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

19.11.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3076768

[Date of registration]

09.06.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-204604

(43) 公開日 平成10年(1998) 8月4日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 2 3 C 4/12  
4/10

識別記号

庁内整理番号

F I

C 2 3 C 4/12  
4/10

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願平9-6759

(22) 出願日

平成9年(1997) 1月17日

(71) 出願人 000109875

トーカロ株式会社

兵庫県神戸市東灘区深江北町4丁目13番4号

(72) 発明者 原田 良夫

兵庫県明石市大久保町高丘1丁目8番18号

(72) 発明者 竹内 純一

兵庫県神戸市東灘区本庄町2丁目5番12号  
706

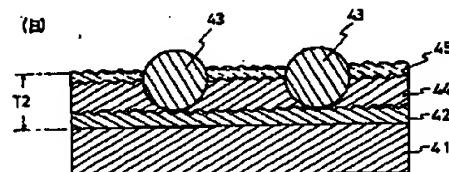
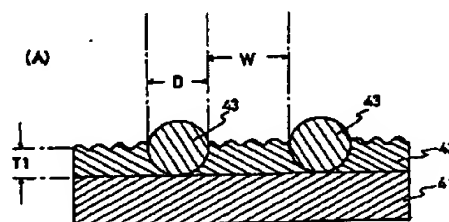
(74) 代理人 弁理士 小川 順三 (外1名)

(54) 【発明の名称】 薄膜形成装置用部材およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 部材表面に付着堆積する薄膜の剥離、飛散の軽減に有効な薄膜形成装置用部材を提案すること。

【手段】 金属製基材を覆う溶射被覆表面が、格子状の凹凸によって形造られていることが特徴である。このような溶射被覆表面の格子状凹凸形状は、凹部の最大幅(D)が1~5mm、凸部の幅(W)が5~100mm、および凹部の深さ(T)が1~5mmの範囲内にあり、そして凸部表面の粗さは5~60μmの範囲内にある。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 金属製基材を覆う溶射被覆表面が、格子状の凹凸にて形造られていることを特徴とする薄膜形成装置用部材。

【請求項2】 上記溶射被覆表面の格子状凹凸形状は、凹部の最大幅(D)が0.5~5mm、凸部の幅(W)が2~100mm、および凹部の深さ(T)が0.1~5mmの範囲内にあり、そして凸部表面の粗さは5~60 $\mu$ mの範囲内にあることを特徴とする請求項1に記載の部材。

【請求項3】 上記溶射被覆は、1層または2層からなる金属アンダーコート溶射層または酸化物系セラミックスもしくはそのサーメットからなるオーバーコート溶射層のいずれかの単層、あるいはこれらの複数層からなるものであることを特徴とする請求項1または2に記載の部材。

【請求項4】 上記溶射被覆が、Al、Ti、Cu、Mo、Wから選ばれるいずれか1種または2種以上の金属・合金、および/またはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、MgO、ZrO<sub>2</sub>、SiO<sub>2</sub>から選ばれるいずれか1種または2種以上の酸化物系セラミックスからなる金属・合金、酸化物系セラミックス、酸化物系サーメットによって、構成されていることを特徴とする請求項1、2または3のいずれか1項に記載の部材。

【請求項5】 金属製部材の表面を脱脂し、粗面化処理し、次いでその表面に金網を密着させた状態で金属を溶射するか、または、まず金属を溶射した後その上に金網を密着させて再び金属を溶射し、その後金網を引き剥すことにより溶射被覆表面に格子状凹凸を形成することを特徴とする薄膜形成装置用部材の製造方法。

【請求項6】 金属製部材の表面を脱脂し、粗面化処理し、次いでその表面に金網を密着させた状態で金属を溶射するか、または、まず金属を溶射した後その上に金網を密着させて再び金属を溶射し、さらにその上に酸化物系セラミックスもしくはそのサーメットを溶射し、その後金網を引き剥すことにより溶射被覆表面に格子状凹凸を形成することを特徴とする薄膜形成装置用部材の製造方法。

【請求項7】 金網を引き剥した後の格子状凹凸表面を有する上記溶射被覆の表面に、さらに酸化物系セラミックスもしくはそのサーメットを溶射被覆することを特徴とする請求項5または6に記載の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、薄膜形成装置用部材とその製造方法に関し、特に真空蒸着、イオンプレーティング、スパッタリング、化学蒸着、レーザ精密加工などに使用される真空容器用部材、とくに表面に溶射被覆を有する部材とその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 半導体の製造においては、金属、金属酸

2

化物、窒化物、炭化物などの薄膜を形成する工程があり、この工程では真空蒸着法、イオンプレーティング、スパッタリング、プラズマCVD法などの薄膜形成装置が使われる(例えば、特開昭50-75370号公報)。

【0003】 この薄膜形成装置は、一般に真空容器を具えており、その真空容器内には、薄膜の形成速度を調整するためのシールド板や、これを固定、開閉するための治具や部材、さらには、半導体ウェーハの固定治具など、さまざまな金属製部材が用いられている。

【0004】 ところで、これらの装置によって薄膜を形成する場合、上記の治具や各種部材の表面にも薄膜材料が付着するのが普通である。治具や部材表面への薄膜材料の付着量は、その量が少ない場合には問題となることは少ない。薄膜形成処理時間が長くなるにしたがって、治具や部材表面への薄膜の付着量は当然増加してくる。その結果、薄膜形成処理中に治具や部材表面に付着していた薄膜の一部が剥離、飛散し、半導体ウェーハに付着して製品品質を甚だしく劣化させるという問題があった。

【0005】 図1は、薄膜形成用の反応性蒸着装置の概要を示したものである。この装置は、真空容器1の中に容器保護用の内枠2が設けられ、また内部の圧力を調整するための真空ポンプ3、薄膜材料4を蒸発させる電子銃5を具えている。その真空容器1には反応性ガスを供給する配管6と反応後のガス排出管7が配設してあると共に、これらの配管にはそれぞれバルブ8、9が取り付けられている。また、この真空容器1内には仕切板10が設けられている。そして、被処理対象の試料(ウェーハ)11は、試料保持具12によって固定され、薄膜の蒸発材料源の対向部(上部)に位置しており、蒸発物が効率的に衝突付着するように構成されている。そして、試料(ウェーハ)と蒸発材料源との中間部には、シャッター13が設けられ、必要に応じてこれを開閉することによって試料(ウェーハ)に対する薄膜形成量が調節できるようになっている。

【0006】 上記の装置において、試料(ウェーハ)保持具12、内枠2、シャッター13あるいは仕切板10などは、装置を長時間にわたって継続使用すると、蒸発した薄膜材料が多量に付着する。その結果、その一部が剥離、飛散して製品の薄膜面を汚染することがある。

【0007】 上記剥離の原因としては、金属で製作されているこれらの部材の表面があまりにも平滑であることがあげられる。

【0008】 従来、上述した各種部材表面に付着した粒子の剥離を防止する技術として、以下に述べるような方法があった。

(1) 特開昭58-202535号公報、特公平7-35568号公報では、治具や部材の表面をサンドブラスト処理、ホーニング、ニッティングなどを行って表面を粗

50

3

面化することによって、有効面積を増加させ、付着した薄膜が剥離しないようにした技術を提案している。

(2) 特開平3-247769号公報では、治具や部材の表面に5mm以下の間隔で周期的にU溝やV溝を設けて、薄膜の剥離を抑制した技術を提案している。

(3) 特開平4-202660号公報、特開平7-102366号公報では、部材の表面にTiN皮膜を形成させるか、さらにAlまたはAl合金の溶融めっき被覆を形成させる技術を提案している。

(4) 特開平6-220618号公報では、TiとCuの混合材料を用いて溶射被膜を形成した後、そのうちHNO<sub>3</sub>によってCuのみを溶解除去することによって、多孔質の粗化面を得て、付着した薄膜の剥離を抑制する技術を提案している。

【0009】しかしながら、上記各提案技術は、それぞれ次に示すような問題があり、さらなる改善が望まれている。すなわち、上記(1)または(2)の技術は、表面積の増加および薄膜の付着力は向上するが、部材が限定されるほか、長時間の使用には耐えられない。しかも、薄膜の除去に当たってアルカリや酸などによる化学洗滌に頼っているため、除去処理時に部材の母材まで腐食されることが多く、精密部材では、その寸法精度の維持が困難となる。上掲(3)の技術は、付着薄膜の剥離抑制力に乏しく、またAl、Al合金の溶融めっきの施工はめっき時に部材が高温状態(500~700℃)に曝されるため、熱歪を発生しやすく、その矯正にも時間を要することから精密部材への適用には困難がある。上掲

(4)の技術は、工程の増加によるコストアップもさることながら、溶射皮膜の密着性が低下するとともに、気孔の内部に付着した水分除去に長時間を要するという問題がある。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】上述したように、プラズマCVD、スパッタリング、イオンプレーティングなどの処理に用いられる薄膜形成装置は、この装置の真空容器内に配設されているシャッター、試料保持具をはじめウェーハ運搬のための搬送部材などにもウェーハと同様に薄膜が付着する。そのため、たとえば真空容器内に温度変化があると、薄膜と部材との熱膨張係数の差によって両者間に剪断応力が発生し、薄膜の一部が不可避に剥離飛散し、これが製品のウェーハに付着するという問題が生ずる。これが半導体の不良品を発生させる原因となっている。

【0011】しかも、プラズマCVDやスパッタリングでは、厚く堆積した治具や部材上の薄膜が恰も薄膜材料の供給源として作用し、とりわけスパッタリングではターゲットとなる現象が発生することがあるが、堆積した薄膜の付着力が低い場合には容易に飛散して、ウェーハ用薄膜の品質低下の原因となっている。

【0012】本発明の目的は、従来の技術が抱えている

4

上述した問題を克服すること、すなわち、部材表面に付着堆積する薄膜の剥離、飛散の軽減に有効な薄膜形成装置用部材を提案することにある。本発明の他の目的は、薄膜製品の不良率の低減と装置のメンテナンスの軽減に有効な上記装置用部材の提案にある。

【0013】本発明のさらに他の目的は、上記部材の製造技術を確立し、提案するところにある。

【0014】

【課題を解決するための手段】上記の目的を実現するために鋭意研究した結果、発明者らは、真空容器内に配設する治具や部材の表面に施工する溶射被覆の表面形状に着目し、その形状の工夫、即ち、金網を使って格子状の凹凸形状にすることにより、薄膜の剥離、飛散を軽減できることを知見した。また、このような凹凸形状は金網を使えば簡単かつ低コストで形成することができることがわかった。

【0015】上記知見に基づいて開発した本発明にかかる薄膜形成装置用部材は、金属製基材を覆う溶射被覆表面が、格子状の凹凸によって形造られていることが特徴である。そして、このような溶射被覆表面の格子状凹凸形状は、凹部の最大幅(D)が0.5~5mm、凸部の幅

(W)が2~100mm、および凹部の深さ(T)が0.1~5mmの範囲内にあり、そして凸部表面の粗さは5~60μmの範囲内にいることが好ましい。また、上記溶射被覆は、1層または2層からなる金属アンダーコート溶射層または酸化物系セラミックスもしくはそのサーメットからなるオーバーコート溶射層のいずれかの単層、あるいはこれらの複数層からなるものであることが好ましい。さらに、上記溶射被覆は、Al、Ti、Cu、Mo、Wから選ばれるいずれか1種または2種以上の金属・合金および/またはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、MgO、ZrO<sub>2</sub>、SiO<sub>2</sub>から選ばれるいずれか1種または2種以上の酸化物系セラミックスからなる金属・合金、酸化物系セラミックス、酸化物系サーメットによって構成されていることが好ましい。

【0016】次に、上記部材は以下のような方法によって製造することができる。第1の方法は、金属製部材の表面を脱脂し、粗面化处理し、次いでその表面に金網を密着させた状態で金属を溶射するか、または、まず金属を溶射した後その上に金網を密着させて再び金属を溶射し、その後金網を引き剥すことにより溶射被覆表面に格子状凹凸を形成する方法である。第2の方法は、金属製部材の表面を脱脂し、粗面化处理し、次いでその表面に金網を密着させた状態で金属を溶射するか、または、まず金属を溶射した後その上に金網を密着させて再び金属を溶射し、さらにその上に酸化物系セラミックスもしくはそのサーメットを溶射し、その後金網を引き剥すことにより溶射被覆表面に格子状凹凸を形成する方法である。

【0017】

【発明の実施の形態】以下、薄膜形成装置用部材製造の

5

ために、金属製基材表面に、大きな表面積をもち薄膜保持機能に優れる表面形状にした溶射被覆の形成方法について説明する。溶射被覆は、図2に模式的に示すように、粒径5～60 $\mu$ m程度の溶融もしくは軟化した溶射粒子が積層されて形成されているため、溶射後の表面状態は磨き鋼板などに比較すると著しい粗面状態にあるのが普通である。

【0018】このとき、溶射粒子が完全に溶融状態になれば、粒子の衝突エネルギーによって扁平化するため、その被覆層の表面粗さは、通常10～20 $\mu$ m程度になる。しかし、この程度の表面粗さは、本発明が求めている薄膜の剥離防止効果としては十分なものではない。本発明で必要とする溶射被覆表面形状はもっと大きな粗面で、鋭敏な凹凸形状である。

【0019】一般に、溶射被覆層の表面粗さを大きくするには、溶射粒子を大きくしたり、溶射熱源温度を低くして、粒子を軟化の状態に維持して溶射した方が効果的である。しかし、このようにして形成した被覆層は、粒子の相互結合力が弱く母材との密着性に乏しいうえ、ときには被覆層が層間剥離することがある。

【0020】本発明では、このような溶射被覆の表面特性を考慮し、被溶射体となる治具や部材の表面を機械加工によって大きな凹凸とするのではなく、溶射被覆の方法を工夫することによって、該溶射被覆の表面積を大きくする方法を提案するものである。

【0021】以下に、本発明について、溶射被覆の工程順にその詳細を説明する。

(1) 溶射被覆を施す治具、部材などの金属基材表面を脱脂し、必要に応じて、ブラスト処理することによって、これらの母材表面を粗面化する。

(2) 粗面化した金属基材の表面に対し、まず金属溶射材料を10～50 $\mu$ m程度の厚さに溶射してアンダーコート溶射層を形成する。

(3) 上記(2)の金属材料のアンダーコート溶射層の上に金網を密着させ、その金網の上からさらに金属材料もしくは酸化物系セラミックスもしくはそのサメットの溶射を行う。

(4) そして、上記(3)の溶射処理が終了した後、前記金網を金属溶射層から引き剥す。その結果、溶射被覆の表面は網目状、すなわち格子状の凹凸形状を有する表面積の大きい溶射被覆が生成する。

【0022】本発明にかかる上記方法の特徴は、金属アンダーコート溶射被覆の上に金網を密着させ、その上からさらに金属溶射材料や酸化物セラミックスを溶射するところにある。本発明において使用する金網は、金属線を網目状にしたものであり、非リブ部の開口には溶射材料を堆積させることができる。一方、金属線上は溶射材料の堆積はない。とくに、溶射粒子がリブに衝突する場合にその角度が90度より大きいか、小さいため、堆積しただけでなく堆積しても粒子の付着強度はきわめて

6

弱く、金網を引き剥すときに、簡単に脱落する。従って、金網の除去も容易である。

【0023】図2は、従来の方法に従う溶射被覆のもようを示す断面図、図3は本発明方法に従って形成した部材の断面図であって、金網を用いて形成した溶射被覆の断面形状を示したものである。図中の符号21、31は被処理体、22、32は金属溶射被覆、33は金網のリブ(金属線)の断面、34は金網をセットした後に溶射して形成した溶射被覆層を示す。

【0024】本発明の他の実施形態としては、  
(5) 被処理体の表面を粗面化した後、直ちに金網43を密着させて金属材料を溶射して金属溶射被覆42を形成する例(図4A)、

(6) 金属溶射被覆42上に金網43をセットしたのち、さらに溶射して酸化物系セラミックスを溶射して複合溶射被覆を形成する例(図4B)、

(7) (5)の工程を終えて金網を取り除いた後、その表面に酸化物系セラミックスを溶射して複合溶射被覆を形成する(図4C)、などの方法がある。

【0025】このようにして形成した溶射被覆は、金網の金属線43によって妨げられた溶射されない部分、すなわち凹部が生ずることによって全体として格子状の大きな凹凸模様が發生し、その分だけ表面積が増加する。ここで図示の45は最外層となる酸化物系セラミックスのオーバーコートである。

【0026】以上の説明からわかるように、本発明にかかる溶射被覆の表面積は、形成する格子状凹凸模様、すなわち使用する金網の目の大きさや使用されている金属線の大きさに影響される。本発明で使用可能な金網は下記のものなどが適用可能である。例えば、溶接金網(JIS G3551)、ひし形金網(JIS G3552)、クリンプ金網(JIS G3553)、きつ甲金網(JIS G3554)、織金網(JIS G3555)、工業用金網(JIS G3556)、製紙用金網(JIS G6101)、非鉄金網(JIS G6102)

【0027】なお、格子状凹凸模様を有する本発明における溶射被覆の形成に使用する金網の目の大きさや編みを構成する金属線の直径は、被処理体(表面)の大きさに応じて選択すべきであるが、格子状凸部の一辺の大きさ(W):つまり金網の開口部幅は2～100mm、好ましくは4～20mm、一方、凹部の最大幅(D):つまり金属線の直径は0.5～5mm、好ましくは2～4mm、この凹部の深さ(T)は0.1～5mm、好ましくは2～3mmとし、そして前記凸部表面の粗さは5～60 $\mu$ m、好ましくは20～40 $\mu$ mの範囲内にすることが好適である。

【0028】このように、金網を用いて形成した格子状凹凸模様を有する溶射被覆の表面積は、通常の溶射被覆の表面積に比較して1.5～3倍程度大きくなる。

【0029】本発明において、溶射被覆の形成手段としては、プラズマ溶射法、アーク溶射法、フレーム溶射法(含高速フレーム溶射法)、爆発溶射法などがあり、

いずれの溶射法を用いても好適な被覆を形成することができる。

【0030】また、溶射材料としては、  
金属質：AlおよびAl合金、TiおよびTi合金、CuおよびCu合金

MoおよびMo合金、WおよびW合金

酸化物系セラミックス： $Al_2O_3$   $Al_2O_3 \cdot TiO_2$   $Al_2O_3 \cdot MgO$   
 $ZrO_2$   $SiO_2$

酸化物系サーメット：上記酸化物系セラミックスと上記金属との混合物、

などを必要に応じて選択して使用することができる。とくに、Al、Al合金は安価であるうえ、溶射被覆表面に付着した蒸着物を化学薬品によって除去する際、被処理体（多くは鋼鉄製）に対し、犠牲陽極的に作用して保護するので好適である。

【0031】またWおよびW合金、MoおよびMo合金、CoおよびCo合金などは、プラズマCVDなどの処理を行うに当り、強い腐食作用を有する塩素、弗素、沃素、臭素とそれらの化合物ガスを使用する場合の防食皮膜としても好適である。

【0032】なお、酸化物系セラミックス溶射被覆は、それ自体が微細な割れを保有しているため、微視的な表面積の増加に寄与するとともに、絶縁性に優れているため迷走電流による障害を防ぐのに効果がある。

【0033】本発明において形成する溶射被覆層の全体の厚さとしては、

① 金属質：30～500  $\mu m$

② 酸化物系セラミックスおよびそのサーメット質：30～500  $\mu m$

の範囲が特に良好であり、厚さが30  $\mu m$ 以下では厚さが不均一になり易く、また500  $\mu m$ 以上の膜厚を形成しても、とくに被覆性能に著しい改善が認められないため経済的でない。

【0034】

【実施例】

実施例1

本実施例では、図1の装置を用いて、工具鋼（JIS SKH 3、寸法：幅5 mm×長300 mm×厚3 mm）の表面に、TiCを5  $\mu m$ の厚さに蒸着処理しているものについて、下記の溶射被覆を工具鋼とTi蒸発源の中間の位置に配設したシャッター（炭素鋼製直径400 mm）の表面\*

\*に被覆した効果について調査した。

【0035】(1) 本発明の溶射被覆

① アーク溶射法によって図4Aに示す方法に従って、高純度Alを200  $\mu m$ 厚さに溶射被覆し、凹部幅(D)：2 mm、凸部の一边の大きさ：10 mm、凹部深さ(T)：0.2 mmで凸部表面粗さ46  $\mu m$ の格子状凹凸模様を得た。

② フレーム溶射法によって図4Aの方法によってCuを200  $\mu m$ 厚さに溶射被覆し、凹部幅(D)：3 mm、凸部の一边の大きさ：12 mm、凹部深さ(T)：0.2 mmで凸部表面粗さ38  $\mu m$ の格子状凹凸模様を得た。

(2) 金網：(JIS G6102)、開口空間：10～12×径：2～3 mm

(3) 比較例

③ アーク溶射法によって、高純度Alを200  $\mu m$ 厚さに溶射被覆して平坦な被覆を得た。

④ フレーム溶射法によって銅合金を200  $\mu m$ 厚さに溶射被覆して平坦な被覆を得た。

⑤ 無処理

⑥  $Al_2O_3$  粒子を吹き付けて粗面化したもの。

(4) 皮膜の剥離試験方法：図1の容器内の温度は、被処理体の予熱、蒸着源としてのTiの電子ビームによる溶解などの熱の発生源によって昇温し、被処理体の交換時には常温となる。本実施例における温度範囲は、常温～280℃の間で加熱と冷却が繰り返されたが、供試体表面に付着した蒸着物の剥離は主として目視観察によって行った。

【0036】上記試験の結果を表1に示す。この表に示す結果から明らかなように、比較例の無処理シャッター(No5)は、製品のTiC処理を28回連続して行った時点でその表面に付着していたTiCの一部が剥離し、プラスト処理品(No6)は使用回数が少し増えて35回、また通常の溶射被覆(No3、4)では長期40～42回にわたって使用することができた。

【0037】これに対し、本発明の溶射被覆を施したものの(No1、2)は、さらに長期間の使用に耐え、60回連続しても剥離は全く認められず良好な耐剥離性を有することがわかった。

【0038】

【表1】

No.	表面処理法	溶射被覆		蒸着膜が剥離をはじめる回数	備考
		材料	方法		
1	格子状凹凸溶射	Al	金網使用	60回以上	発 明 例  比 較 例
2	格子状凹凸溶射	Cu	金網使用	60回以上	
3	無模様溶射	Al	金網なし	42回目から剥離	
4	無模様溶射	Cu	金網なし	42回目から剥離	
5	無処理	—	—	28回目から剥離	
6	プラスト粗面	—	—	35回目から剥離	

## 【0039】実施例2

本実施例ではプラズマCVD装置に適用した場合について調べた。

## (1) 溶射被覆

下記の溶射被覆を、プラズマCVD装置の試料台の側面および内枠の表面に設置した後、薄膜原料ガスとしてSiH<sub>4</sub>を容器内に導入し、アモルファスSi（以下a-Si）の薄膜を試料表面に形成させる処理を行った。

① 金属質被覆としてMoを用いアーク溶射法によって図4・(A)に示す構造の溶射被覆を200μm厚に施工した。

② 金属質被覆としてWを用い、またその上に形成する酸化物系セラミックス材料としてAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を用い、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>をプラズマ溶射法によって、金属被覆150μm厚、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>被覆150μm厚を有する図4・(B)構造の溶射被覆を施工した。

③ ②の要領で図4・(C)の構造を示す溶射被覆を施工した。

## (2) 格子状凹凸模様

凹部幅(D)：2mm、凸部の一辺の大きさ：5mm、

凹部深さ(T)：0.3mmで凸部表面粗さ52μmの格

子状凹凸模様を得た。

\*

No.	表面処理法	溶射被覆		蒸着膜が剥離をはじめる連続操業日数	備考
		材料	方法		
1	格子状凹凸溶射	Mo	金網使用	8日間以上	発 明 例
2	格子状凹凸溶射	W/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	金網使用	8日間以上	
3	格子状凹凸溶射	W/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	金網使用	8日間以上	
4	無模様溶射	Al	金網なし	5日間	比 較 例
5	無模様溶射	Al/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	金網なし	5日間	
6	無処理	—	—	2日間	
7	ブラスト粗面	—	—	3日間	

【0042】これに対し本発明の溶射被覆（No1、2、3）は何れも8日間の連続使用に耐え、付着したa-Siを長期間にわたって保持することが確認された。

## 【0043】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、真空容器を用いた薄膜形成装置用治具や部材の表面に、本発明にかかる大面積溶射被覆を施すことにより、試料ウェーハ以外に付着堆積する薄膜の剥離、飛散を軽減することができる。従って、薄膜製品の不良率を低減できるとともに、真空容器内のクリーニング周期が延びるので、装置の運転経費の軽減に寄与するところが大きい。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】図1は電子ビーム熱源を有する反応性蒸着装置の概要を示した略線図。

【図2】従来の技術で形成された溶射被覆の断面図である。

【図3】本発明の技術で形成された代表的な溶射被覆の断

\* (3) 金網：(JIS G6102)、開口空間：6×

径：2mm

(4) 比較例

比較例として下記のものを用いた。

④ アーク溶射法によってAlを200μm厚に溶射被覆

⑤ ④のAl被覆上にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を150μm厚に溶射被覆

⑥ 無処理

⑦ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を吹き付けて粗面化処理したもの

## 【0040】(5) 皮膜の剥離試験方法

実施例1と同じ方法で実施した。但し、本実施例における温度変化は常温～最高480℃であった。試験結果は表2に示す通りである。比較例のなかでは、通常の溶射被覆（No4、5）が薄膜のa-Siを最も多く付着することができたが、この被覆でも連続5日間の使用で一部が剥離、脱落する傾向が認められ、特に試料台の側面に取付けた供試被覆ではグロー放電の影響をうけ、剥離現象が多く見られた。無処理（No6）および粗面化試料（No7）ではa-Siの剥離が早く前者では2日間の処理で、後者は3日後にa-Siの剥離が観察された。

## 【0041】

## 【表2】

面図である。

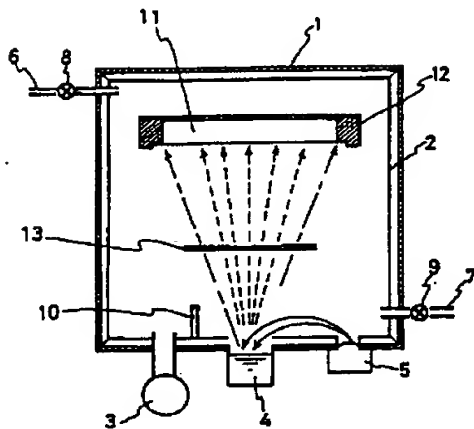
【図4】(A)(B)(C)は本発明の各種溶射被覆の形態を示す断面図である。

## 【符号の説明】

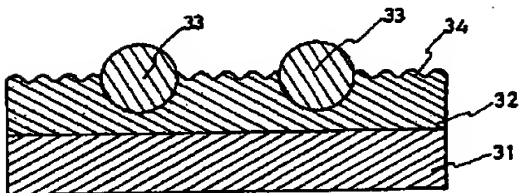
- 1 真空容器
- 2 容器保護用の内枠
- 3 真空ポンプ
- 4 薄膜材料
- 5 電子銃
- 6 反応性ガス供給管
- 7 反応性ガス排出管
- 8 ガス供給管用バルブ
- 9 ガス排出管用バルブ
- 10 仕切板
- 11 試料（ウェーハ）
- 12 試料保持具
- 13 シャッター

- 11  
 2 1 被処理体  
 2 2 金属溶射被覆  
 3 1 被処理体  
 3 2 金属溶射被覆  
 3 3 金網  
 3 4 金網を接触させた後に形成させた追加溶射被覆層

【図1】

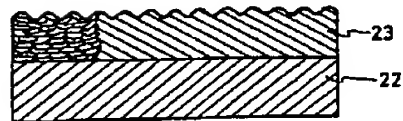


【図3】



- 12  
 4 1 被処理体  
 4 2 金属溶射被覆  
 4 3 金網  
 4 4 金属被覆層の上に形成した金属被覆層  
 4 5 金属被覆層の上に形成した酸化物系セラミックスの溶射被覆層

【図2】



【図4】

